BE PCT/EP 0 3 / 1 1 1 1 0

## BUNDES EPUBLIK DEUTSCELAND



REC'D 2 1 NOV 2003

# Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen:

103 37 579.1

**Anmeldetag:** 

16. August 2003

Anmelder/Inhaber:

CREAVIS Gesellschaft für Technologie und

Innovation mbH, Marl, Westf/DE

Bezeichnung:

Riechstoffzusammensetzung, die zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung

Priorität:

11.10.2002 DE 102 47 514.8

IPC:

C 11 B, A 61 K, C 11 D

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 02. Oktober 2003

Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident

Im Auftrag

6ex

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Ener

A 9161 08/00 EDV-L

10

15

20

25

30

## Riechstoffzusammensetzung, die zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Riechstoffzusammensetzung, die als Fixateur zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist sowie deren Herstellung und Verwendung.

Als Fixateure werden bei der Riechstoffherstellung Stoffe bezeichnet, die imstande sind, dem Duft von - in Parfüms freien, in Seifen gebundenen - Riechstoffen eine erhöhte Beständigkeit zu verleihen und die Verdunstung der einzelnen Duftkomponenten so zu verlangsamen und einander anzugleichen, dass der Duftcharakter während der Verdunstungszeit einigermaßen konstant bleibt. Die als Fixateure eingesetzten Stoffe sind meist schwerflüchtig und hochsiedend und können selbst duftend oder duftfrei sein. Man unterscheidet vier Hauptgruppen von Fixateuren. Eigenfixateure, die aufgrund ihrer Schwerflüchtigkeit ihren Eigengeruch lange bewahren, ohne dabei andere, leichter flüchtige Komponenten in ihrer Geruchsentfaltung zu behindern (synthet. Moschuskörper); Pseudofixateure, schwachriechende, viskose bis kristalline Stoffe, die als Stabilisatoren oder als Diffusionsmittel wirken (Diethylenglykolmethylether); Stimulantien, als "Katalysatoren" der Duftentwicklung wirkende natürliche animalische Fixateure sowie deren Grundstoffe oder synthetischen Analoga (Ambra, Castoreum, Moschus, Zibet, Muscon, einige Makrolide, Fixateur 404 u.a.); "echte" Fixateure, durch Adsorptionskräfte fixierende Fixateure (Extrakte aus Labdanum, Styrax, Tolubalsam, Benzoe, Iris, Eichenmoos, Opopanax usw.). Die Wirkung der oft auch Basen genannten Fixateure beruht auf einer Verminderung des Dampfdruckes der Duftstoffe, z. B. durch Dipol-Bildung, Wasserstoff-Brückenbindung, Adsorptionseffekte, Bildung azeotroper Gemische, obwohl noch eine Reihe anderer, auch hautphysiologische Effekte Einfluss geltend machen. (Römpp Lexikon Chemie - Version 2.0, Stuttgart/New York: Georg Thieme Verlag 1999)

Da immer neue Duftvariationen kreiert werden und somit immer neue künstliche Aromen oder Duftkomponenten eingesetzt werden, besteht die Notwendigkeit immer neue Stoffe zu finden, die als Fixateure für die jeweiligen Duftkomponenten bzw. Duftkomponentenzusammensetzungen geeignet sind. Der rasch wachsenden Zahl von

Duftkomponenten bzw. Duft- oder Riechstoffzusammensetzungen kann die Zahl der als Fixateure geeigneten Verbindungen kaum folgen.

Es bestand deshalb die Aufgabe einen Fixateur bereitzustellen, der die Verdunstung bzw. Freigabe von Duft- bzw. Riechkomponenten aus Riechstoffzusammensetzungen gezielt steuert und der so variabel sein soll, dass er den unterschiedlichen Bedürfnissen der verwendeten Duft- bzw. Riechstoffe, insbesondere neu kreierter Duft- und Riechstoffe, auf einfache Weise angepasst werden kann.

10

5

Überraschenderweise wurde gefunden, dass ionische Flüssigkeiten als Fixateure in Riechstoffzusammensetzungen hervorragend geeignet sind, da sie nahezu keinen Dampfdruck aufweisen und je nach Struktur der verwendeten Kationen und/oder Anionen in ihrer Polarität in weiten Bereichen leicht einstellbar sind und somit an den jeweiligen Riechstoff angepasst werden können.

15

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist deshalb eine Riechstoffzusammensetzung, die einen Fixateur aufweist, welche dadurch gekennzeichnet ist, dass die Riechstoffzusammensetzung als Fixateur zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist.

20

Ebenso ist Gegenstand der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen, welches dadurch gekennzeichnet ist, dass eine Riechstoffkomponente mit einer ionischen Flüssigkeit intensiv gemischt wird.

25

Außerdem sind Gegenstand der vorliegenden Erfindung die Verwendung von erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen in verschiedenen Produkten des täglichen Bedarfs wie z. B. Feinparfüme, Körperpflegemittel, Toilettenartikel, wie z. B. Seifen, Deodorants und vieles mehr, Waschmittelparfüme, Weichspülerparfüme oder Parfümen zur Maskierung von technischen Gerüchen bzw. zu deren Herstellung sowie Produkte des täglichen Bedarfs, die die erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen aufweisen.

30

Die erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen haben den Vorteil, dass sie auf einfache Weise hergestellt werden können. Insbesondere können die Fixateure auf einfache

15

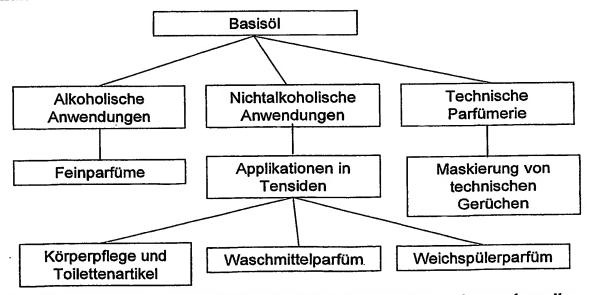
20

Weise auf die verwendeten Riech- bzw. Duftkomponenten abgestimmt werden. Die Verwendung von ionischen Flüssigkeiten hat zudem den Vorteil, dass ionische Flüssigkeiten trotz des sehr niedrigen Dampfdrucks relativ niedrigviskos sind. Bei herkömmlichen als Fixateur eingesetzten Verbindungen, wie z. B. Diethylenglykolmethylether, geht ein niedriger Dampfdruck meist mit einer hohen Viskosität einher, wodurch die Verarbeitbarkeit solcher Zusammensetzungen erschwert wird bzw. eine entsprechende Verdünnung notwendig gemacht wird.

Die vorliegende Erfindung wird nachfolgend beispielhaft beschrieben, ohne dass die Erfindung darauf beschränkt sein sollte.

Die erfindungsgemäße Riechstoffzusammensetzung, die ein Fixateur aufweist, zeichnet sich dadurch aus, dass sie als Fixateur zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist. Vorzugsweise weist die Riechstoffzusammensetzung von 0,1 Gew.-% bis 20 Gew.-% an ionischer Flüssigkeit, besonders bevorzugt von 0,5 Gew.-% bis 10 Gew.-% an ionischer Flüssigkeit und ganz besonders bevorzugt von 1 bis 5 Gew.-% an ionischer Flüssigkeit, bezogen auf das Basisöl auf.

Für Riechstoffzusammensetzungen sind in der Parfümerie die folgenden Klassifizierungen üblich:



wobei unter Basisöl die eigentlichen Duftstoffe bzw. Parfümöle verstanden werden sollen.

Unter einer ionischen Flüssigkeit versteht man im Allgemeinen eine Flüssigkeit, die ausschließlich aus Ionen besteht. In Abgrenzung zum klassischen Begriff der Salzschmelze, bei der es sich gewöhnlich um ein hochschmelzendes, hochviskoses und meist sehr korrosives Medium handelt, sind ionische Flüssigkeiten bereits bei niedrigen Temperaturen (< 100 °C) flüssig und relativ niedrigviskos. Obwohl ionische Flüssigkeiten bereits seit 1914 bekannt sind, wurden diese doch erst in den letzten 10 Jahren intensiv als Lösungsmittel und/oder Katalysator in organischen Synthesen untersucht (Übersichtsartikel von K. R. Seddon in J. Chem. Technol. Biotechnol. 68 (1997), 351-356; T. Welton, in Chem. Rev. 99 (1999), 2071-2083; J. D. Holbrey, K. R. Seddon in Clean Products and Processes 1 (1999) 223-236; P. Wasserscheid, W. Keim in Angew. Chem. 112 (2000), 3926-3945 und R. Sheldon in Chem. Comm. (2001), 2399-2407). Bevorzugte ionische Flüssigkeiten weisen einen Schmelzpunkt von kleiner 80 °C auf. Ganz besonders bevorzugte ionische Flüssigkeiten liegen bei Raumtemperatur in flüssiger Phase vor.

Als ionische Flüssigkeit weist die Riechstoffzusammensetzung vorzugsweise zumindest ein Salz mit einem Kation, gemäß den nachfolgenden Strukturen 1 bis 8 auf,

15

20

wobei R1, R2, R3, R4, R5 und R6, gleich oder unterschiedlich und Wasserstoff, einen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen, einen durch ein oder mehrere Heteroatome (Sauerstoff, NH, NCH<sub>3</sub>) unterbrochenen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen durch ein oder mehrere Funktionalitäten, ausgewählt aus der Gruppe -O-C(O)-, -(O)C-O-, -NH-C(O)-, -(O)C-NH, - $(CH_3)N-C(O)-$ ,  $-(O)C-N(CH_3)-$ ,  $-S(O)_2-O-$ ,  $-O-S(O)_2-$ ,  $-S(O)_2-NH-$ ,  $-NH-S(O)_2-$ ,  $-S(O)_2-$ N(CH<sub>3</sub>)-, -N(CH<sub>3</sub>)-S(O)<sub>2</sub>-, unterbrochenen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen endständig -OH, -NH2, -N(H)CH3 funktionalisierten linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen blockweise oder statistisch aufgebauten Polyether gemäß -(R<sup>7</sup>-O)<sub>n</sub>-R<sup>8</sup> bedeuten, wobei R<sup>7</sup> ein 2 bis 4 Kohlenstoffatome enthaltender linearer oder verzweigter Kohlenwasserstoffrest, n = 1 bis 30 ist und R<sup>8</sup> Wasserstoff, einen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen einen 30 Kohlenstoffatomen, einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen bedeutet oder ein Rest -C(O)-R<sup>9</sup> mit R<sup>9</sup> gleich einem linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einem

10

15

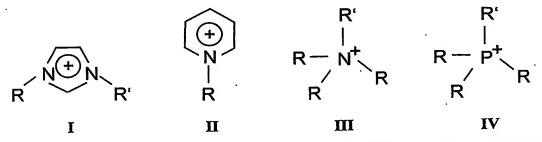
20

25

cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen sind; und einem Anion, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Halogeniden, d.h. Chlorid, Bromid und Iodid, vorzugsweise Iodid; Phosphat; Halogenphosphaten, vorzugsweise Hexafluorophosphat; Alkylphosphaten; Nitrat; Sulfat; Hydrogensulfat; Alkylsulfaten, vorzugsweise Octylsulfat; Arylsulfaten; perfluorierten Arylund Alkylsulfaten; Sulfonat, Alkylsulfonaten; Arylsulfonaten; perfluorierten Arylund Alkylsulfonaten, vorzugsweise Triflat; Perchlorat; Tetrachloroaluminat; Tetrafluoroborat; Alkylboraten, vorzugsweise B(C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>13</sub><sup>-</sup>; Tosylat; Saccharinat; Alkylcarboxylaten und Bis(perfluoralkylsulfonyl)amid-Anionen, vorzugsweise das Bis(trifluormethylsulfonyl)amid-Anion, oder eine Mischung mehrerer solcher Salze.

In einer bevorzugten Ausführungsform der erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzung weist die ionische Flüssigkeit halogenfreie Anionen auf, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Phosphat, Alkylphosphaten, Nitrat, Sulfat, Alkylsulfaten, Arylsulfaten, Sulfonat, Alkylsulfonaten, Arylsulfonaten, Alkylboraten, Tosylat, Saccharinat und Alkylcarboxylaten, besonders bevorzugt sind Alkylsulfate, insbesondere Octylsulfat, und Tosylat.

Besonders bevorzugt weist die Riechstoffzusammensetzung als ionische Flüssigkeit zumindest ein Salz mit einem Kation, ausgewählt aus der Gruppe Imidazolium-Ion, Pyridinium-Ion, Ammonium-Ion oder Phosphonium-Ion gemäß den nachfolgenden Strukturen.



mit R und R' = H, gleiche oder unterschiedliche substituierte oder unsubstituierte Alkyl-, Olefin- oder Aryl-Gruppen mit der Maßgabe, dass R und R' gleiche oder unterschiedliche Bedeutungen aufweisen, auf.

10

15

20

25

30

Besonders bevorzugte ionische Flüssigkeiten sind beispielsweise 1-Ethyl-3-methylimidazoliniumtosylat, Trioctylammoniumoctylsulfat, 1,3-Dimethylimidazoliniumoctylsulfat, 1,3-Dimethylimidazoliniumoctylsulfat, 1-Ethyl-3-methyl-imidazoliumbis(trifluoromethylsulfonyl)amid, 1-Methyl-2-nortallow-3-tallowamidoethylimidazoliniummethylsulfat, oder 1-Methyl-2-noroleyl-3-oleyl-amidoethylimidazoliniummethylsulfat.

Es kann vorteilhaft sein, wenn die Riechstoffzusammensetzung eine ionische Flüssigkeit aufweist, die ein oder mehrere der vorgenannten Salze aufweist. Dabei können sowohl die Kationen als auch die Anionen unterschiedlich sein. Besonders bevorzugt weist die ionische Flüssigkeit der Riechstoffzusammensetzung unterschiedliche Anionen auf. Durch die Verwendung von unterschiedlichen Anionen und/oder Kationen können die Eigenschaften optimal auf die anderen Komponenten der Riechstoffzusammensetzung, insbesondere auf die Duftkomponenten abgestimmt werden.

Die Herstellung der ionischen Flüssigkeit ist allgemein bekannt und kann z. B. wie in der Literatur, u.a. in S. Saba, A. Brescia, M. Kaloustian, Tetrahedron Letters 32(38) (1991), 5031-5034, EP 1 072 654 und EP 1 178 106, beschrieben, erfolgen. Zudem sind ionische Flüssigkeiten auch im Handel erhältlich. So können bei der Solvent Innovation GmbH, Alarichstr. 14-16, 50679 Köln, Germany z. B. 1,3 Dimethtyl-imidazolium-methylsulfat, 1-Butyl-3-methyl-imidazolium-methylsulfat , 1-Ethyl-3-methyl-imidazolium-tosylat, 1-Ethyl-2,3-dimethyl-imidazolium-tosylat, sowie ECOENG<sup>TM</sup>, ein halogenfreies Salz erworben werden.

Je nach Verwendungszweck der Riechstoffzusammensetzung müssen die ionischen Flüssigkeiten, ebenso wie alle anderen Bestandteile so ausgewählt werden, dass eine gesundheitliche oder ökologische Beeinträchtigung von Mensch, Natur und Umwelt ausgeschlossen wird. So dürfen Riechstoffzusammensetzungen, die in direktem Kontakt mit dem menschlichen Organismus kommen, wie z. B. Parfüme oder Lebensmittelaromakompositionen keinerlei toxische Wirkung aufweisen, während die Anforderungen an Riechstoffzusammensetzungen, bei der keinerlei Gefahr besteht, dass ein menschlicher oder tierischer Organismus direkt mit diesen in Berührung kommen, wie z. B. bei Raumdeodorants, geringer sein können.

10

15

20

Für einige ausgewählte Anwendungen kann es aber vorteilhaft sein, wenn in der Riechstoffzusammensetzung Verbindungen vorhanden sind, insbesondere Flüssigkeiten, die mikrobizide Eigenschaften aufweisen. Solche Verbindungen mit mikrobiziden Eigenschaften sind immer dann wünschenswert, wenn Riechstoffzusammensetzung zur Verdrängung von Gerüchen eingesetzt wird, die durch Mikroorganismen gebildet werden, da durch Abtötung der Mikroorganismen die Neubildung der unerwünschten Gerüche verhindert oder zumindest verlangsamt werden kann. Anwendungen sind z. B. Deodorants oder Fußsprays.

Neben den ionischen Flüssigkeiten können die erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen weitere Fixateure, ausgewählt aus den bekannten Eigenfixateuren, Pseudofixateuren, Stimulanzien und/oder "echten" Fixateuren, aufweisen.

Die Riechstoffzusammensetzung kann zudem ein Matrixmaterial aufweisen. Dieses Matrixmaterial kann fest oder flüssig sein. Als flüssige Matrixmaterialien eignen sich beispielsweise organische Lösemittel, wie z.B. Alkohole oder Ether, oder Wasser oder Mischungen davon. Insbesondere für Parfümanwendungen können die Riechstoffzusammensetzungen Alkohol, insbesondere hochreines Ethanol, als flüssiges Matrixmaterial (Lösemittel) aufweisen. Feste Matrixmaterialien können z.B. feste Salze, wie z.B. Natriumchlorid, Natriumsulfat, Gerüststoffe wie z.B. Citrat oder Polycarboxylate, Seifen, Polymere wie z.B. Cellulose, Schichtsilikate wie z.B. Bentonite, Montmorillonite oder organisch modifizierte Schichtsilikate (sog. Organoschichtsilikate), Zeolithe, oder Cyclodextrine sein. Diese sind immer dann notwendig, wenn die Riechstoffzusammensetzung als Feststoff angewendet werden soll bzw. die Riechstoffabgabe nur bei Wasserkontakt erfolgen soll.

25

30

Die erfindungsgemäße Riechstoffzusammensetzung kann als Aroma, Riechstoff, Riechstoffkomponente oder Duftkomponente eine der üblichen, bekannten und gebräuchlichen Verbindungen aufweisen. Insbesondere kann die Riechstoffzusammensetzung als Riechstoffbzw. Aroma einen natürlichen, naturidentischen, halbsynthetischen und/oder vollsynthetischen Riechstoffbzw. Aroma aufweisen. Solche Ingredienzien sind hinlänglich bekannt. Einen Überblick über als Riechstoff und/oder Aroma einsetzbare Verbindungen sowie Hintergrundinformationen geben z. B. Flavor and Fragrance Materials, Worldwide Ref.

List (14.), Wheaton: Allured 1987; Frosch et al. (Hrsg.), Fragrances: Beneficial and Adverse Effects, Berlin: Springer 1997; Hager (5.) 1, 152, 198 ff.; Kirk-Othmer (4.) 18, 171–201; Römpp Lexikon Naturstoffe, S. 552 f., Ullmann (4.) 20, 199–287; (5.) A 11, 141–250, Vollmer u. Franz, Chemie in Bad u. Küche, S. 128–140, Stuttgart: Thieme 1991, Calkin u. Jellinek, Parfumery – Practice and Principles, New York: Wiley 1994; Kirk-Othmer (4.) 17, 594–603; 18, 171–201; Ullmann (4.) 17, 645–650; 20, 199–287; (5.) A 11, 141–250; Umbach (Hrsg.), Kosmetik, 2. Aufl., S. 343–360, 408–417, Stuttgart: Thieme 1995; Vollmer u. Franz, Chemische Produkte im Alltag, S. 129–142, 433–449, Stuttgart: Thieme 1985.

10

15

20

5

Einen Überblick über die verschiedenen Riechstoffe, Parfüms, Duftstoffe, Fixateure und Aromen finden sich unter diesen Stichworten im Römpp Lexikon Chemie – Version 2.0, Stuttgart/New York: Georg Thieme Verlag 1999. Hier findet sich auch eine Gliederung des typischen Aufbaus einer Parfümkomposition (also einer Riechstoffzusammensetzung), die wenn sie ionische Flüssigkeiten als Fixateur aufweist, ebenfalls unter den Gegenstand der vorliegenden Erfindung fällt. Der Aufbau einer Parfümkomposition wird gegliedert in:

- 1. Kopfnote (Tête, Spitze, Angeruch), leicht flüchtige Riechstoffe meist frischen Charakters;
- 2. Mittelnote (Bouqet, Corps, Cøur, Herznote, Körper), mäßig flüchtige Riechstoffe oft blumigen Charakters;
- 3. Basisnote (Fond, Nachgeruch), wenig flüchtige Riechstoffe, die den Grundcharakter (Leitgeruch) des Parfüms bestimmen.

Der Basisnote sind üblicherweise auch die Fixateure zugeordnet, welche die Bindung und die Haftfestigkeit der flüchtigen Riechstoffe erhöhen und die Duftkomposition stabilisieren. Mit Adjuvantien können Kopf-, Mittel- u. Basisnote enger miteinander verbunden und der Duftablauf fließender gestaltet werden.

25

Zu den in den Riechstoffzusammensetzungen neben den ionischen Flüssigkeiten als Duftstoffe vorhandenen Verbindungen oder Gemischen können z.B. die nachfolgenden Verbindungen oder Produkte der Firma Harmann und Reimer gehören.

30

Abriceine, Acetanisol dest., Acetanisol krist., Acetophenon rein, Agarwood D50092NS, Agrumenaldehyde 6947L, Agrumex HC, Agrumex LC, Agrumovert 10897 C/J, Aldehyd C 6 nat., Aldehyd C11 MOA, Aldehyd C12 MNA, Aldehyd C14 sog., Aldehyd C16 sog.,

Aldehyd C18 sog./Abricolin, Alkohol C 6 nat., Alkohol C 8, Alkohol C 9, Alkohol C10, Alkohol C12, Allinat/Allylisothiocyanat, Allinat/Allylisothiocyanat (stab.), Allylcapronat, Allylcapronat kosher. Allylcyclohexylpropionat, Allylheptylat, Allylphenoxyacetat, Amarocit®, Ambre 83LN DB10028, Ambrebois D50407, Ambrettia C, Ambrettolid, Ambrinol S, Ambroxid krist., Ananas Coeur D50214, Anethol NPU 21/22°C, Anethol supra 21.5°C, Anisaldehyd rein, Anisalkohol, Anisol, Anisylacetat, Apfel 74180C PM, Apriconia 28855P extra PM, Baldrian Identoil B, Basilikum Synthessence, Bay Identoil, Benzalaceton, Benzaldehyd, Benzaldehyd dd, Benzophenon krist., Benzylacetat, Benzylaceton. Benzylalkohol dd, Benzylalkohol FR, Benzylbenzoat H&R, Benzylbenzoat M, Benzylcinnamat, Benzylformiat, Benzylpropionat, Benzylsalicylat, Bergamott Identoil farblos, Bergamott Synthessence afrik., Blackberry D50260E, Bois de Cachemire D50008, Bois Doux 78008SP PM, Boisanol, Boronal, Buttersäure nat., Butylbutyrat, Cacao et Chocolat D50546B, Cajeput Identoil, Calmus Synthessence Asaronfrei, Cananga Identoil, Caprinsäure nat., Capronsäure nat., Caramelacetat, Cardamom R Identoil, Cardamom Synthessence, Cassia Identoil, Cassia Identoil B dunkel, Cassis D50060B, Cedernblätter Identoil, Chloracetophenon para, Chrysantheme, Cinnamylacetat, Citral extra, Citron R, Citrone Synthessence FF, CitronellaIdentoil, CitronellIdentoil, Citronellyltiglinat, Citronitril, Citrowanil® B, Citrozone D50620B, Citrylal, Citrylal E, Clarifruit D50757, Clarion Base D50774, Corapan TO®, Coriander Identoil, Corps 1729, Corps 98N DB10025, Corps Racine VS, Costus Synthessence, Coumarone, Cumin Synthessence, Cypressen Identoil, Datilat, Decalacton gamma nat., Decalylacetat beta, Diacetyl nat., Dibenzosuberon, Dibenzylether, Dimethylanthranilat, Dimethylbenzyl-Diethylphthalat (DEP), Dihydrocumarin, Identoil, Dimethylsulfid nat., Diphenyloxid, Edeltannennadel carbinylbutyrat, Edeltannennadel Identoil B, Eichenmoos Resin D50342, Erdbeere D50026C, Essigsäure nat., Estragon Identoil, Ethoxyfuranon, Ethyl 2-Methylbutyrat nat., Ethyl caproate non-kosher, Ethyl-2-Methylbutyrat, Ethylacetat nat., Ethylacetoacetat, Ethylbenzoat, Ethylbutyrat, Ethylbutyrat nat., Ethylcapronat, Ethylcapronat nat., Ethylcaprylat, Ethylcaprylat nat., Ethylisovalerianat, Ethylphenylacetat, Ethylformiat, Ethylheptylat, Ethylcinnamat, BP, Ethylsalicylat, Eucalyptol, Eucalyptusöl Globulus Ethylpropionat, Eugenolmethylether, Farenal, Fenchelöl techn., Feuilles de Tomate 79569PM, Fichtengrün 8001S, Fichtennadel Identoil B sib., Fichtennadel Identoil sib., Filbertone G, Fir Balsam DM, Fleur de Cassis SBU PM, Floropal, Florophyll 10183, Fragolane, Framboson 10583F,

10

15

20

25

30

5

Frutinat, Galbanum Synthessence, Galbanum Synthesin B, Geranium Identoil afrik., Geranium Identoil Bourbon, Geranyltiglinat, Globalid 100%, Globanone 50% DEP, Globanone 50% DPG, Globanone 50% IPM, Grapefruit D50075N, Grapefruit Identoil D61286G, Green Honey Melon D50315, Guave 10875N, Helichrysum Synthessence, Herbaflorat, Hexylacetat, Hexylacetat nat., Hexylsalicylat, Hydrocitronitril, Indian Spice 10898, Indoflor H&R Krist., Indol FF, Ingweröl spez. D40393S, Ionon rein 100%, Iris Synthresin H&R, Irolene P, Isoamylacetat G, Isoamylacetat nat., Isoamylbutyrat, Isoamylbutyrat nat., Isoamylisobutyrat nat., Isoamylisovalerianat, Isoananat, Isoananat, Isoamylisobutyrat nat., Isobuttersäure nat.. Isobutylacetat nat., Isobutylchinolin, Isobutylchinolin Isoeugenolmethylether, Isotabac naturelle LN DB10038, Jasmaprunat, Kamille Identoil blau, Kamille röm. Synthessence, Kiefernnadel Identoil, Kiefernnadel Identoil B, Kiefernnadel Identoil B P, Kiwi D50195PM, Kresolmethylether para, Lactojasmon, Lavandin Identoil 30/32%, Lavandin Identoil Typ Franz. 30/32%, Lavandin Provence D50817, Lavendel Identoil Typ Mt. Blanc 40/42%, Lavendelöl Typ Mt. Blanc 40/42%, Leguminal, Limonene d rein, Loganberry D50398N PM, Lorbeerblätteröl D50286, Macisöl extra, Macrolide®, Macrolide® supra, Madranol, Magnolan, Majantol, Mandaril, Manderine Synthessence, Mango D50436PM, Maracuja D50042E PM, Marjoliane N DB10018, Mayciane N DB10023, Melissen Identoil Deutsch sog., Menthol D dist., Menthol flüssig, Menthol rac., Menthol rac. PH, Menthol-1 dest., Menthol-1 H&R kompaktiert, Mentholöl, Menthon-1/-Isomenthon-d, Menthylacetat-1, Metaxa D50247C, Methyl ethylpyrazine-2,3, Methyl-2-Methylbutyrat, Methylacetophenon para, Methylanthranilat, Methylbenzoat H&R, Methylbenzoat techn. rein, Methylbetanaphthylketon krist., Methylbuttersäure-2 nat., Methylcinnamat, Methylphenylacetat, Methylsalicylat, Methylzimtaldehyd alpha, Miel Blanc N DB10024, Moschuskörner Synthessence, Mugetanol, Mugofleur D50444PM, Muskateller Salbei Identoil, Muskateller Salbei Identoil B, Nelkenblüten Identoil, Nelkenblätter Identoil dunkel, Nelkenblätteröl entf., Neononylacetat, Neroli Identoil, Nerolin Yara Yara krist., Neroliöl 4663, Olibanum Synthresin, Orange Identoil TSA, Orangenöl spez. D40393P, Origanum Identoil, Oryclon extra, Oryclon spezial, Osmanthia 353, Ozonil, Palisandal, Palisandin, Palmarosa Synthessence, Pastinak Synthessence, Patchouli Synthessence N, Patchouliöl entf. DM, Pear D50313A PM, Perubalsam Identoil, Perubalsam kstl. H&R, Petitgrain Bigarade Synthessence, Petitgrain Identoil R, Pfirsich D40110PM, Pflaume D50424, Phenirat, Phenoxyethylalkohol/Arosol, Phenylacetaldehyd 100%, Phenylacetaldehyddimethylacetal,

10

15

5

20

25

30

10

15

20

25

30

Phenylethylacetat, Phenylethylalkohol rein, Phenylethylcinnamat krist., Phenylethylisobutyrat, Phenylethylphenylacetat, Phenylpropylalkohol, Piment Identoil, Poivre Coeur H&R PM, Poivron N DB10029, Prenylacetat, Prenylsalicylat, Profarnesal, Projasmon P, Propionsäure nat., Propylacetat nat., Prunol N DB10027, Pyroprunat, Rain Forest D50339C PM, Resedafol, Rosaphen, Rose Booster D50221A, Rose F50048R PG, Rosemarin Identoil, Rosemarin Identoil spanisch, Rosenholz bras. Identoil, Salbei Identoil span., Salbei Identoil span., Sandalwood S.E.A. D50820, Sandel 80, Sandel extra, Sandel Forte, Sandel H&R, Sandel H&R super, Sandel SP, Sandel Typ Ostind., Sandelholz Typ Ostind., Sandolen H&R, Spik Identoil, Styrax Identoil D50186, Styrollylacetat, Sweet Amber D50807, Tabakarome H&R D50799, Teatree D50780A, Thymian Identoil, Thymian rot Identoil, Thymian Synthabsolue, Thymol dest., Thymol krist. H&R, Tonca Synthresin, Vanillin nat., Verbena Identoil Typ Franz., Verdeflora D50375D, Verdural F, Vertocitral, Vertocitral C, Vertosine, Vetiver Identoil J, Wacholderbeer Identoil 10900, Wacholderbeer Synthessence, Weidenduft 6103CB HG, Wintergreenöl, Ylang 10372 MT, Ylang Ylang Identoil Bourbon I, Ylang Ylang Identoil Bourbon II, Ylang Ylang Identoil Bourbon III, Zimtaldehyd, Zimtaldehyd nat., Zimtalkohol, Zimtblätter Identoil und/oder Zimtrinden Identoil.

Es versteht sich von selbst, dass erfindungsgemäße Riechstoffzusammensetzungen insbesondere als Duftstoffe auch Verbindungen, die als Aroma-, Duft- oder Riechstoff, oder als festes oder flüssiges Matrixmaterial geeignet sind, enthalten können, die von anderen Herstellern angeboten werden oder in der Natur vorkommen.

Neben den oben genannten Komponenten kann es vorteilhaft sein, wenn die erfindungsgemäße Zusammensetzung weitere Additive, wie z. B. Emulsionshilfsmittel, Konservierungsmittel oder Ähnliches aufweist.

Die erfindungsgemäße Riechstoffzusammensetzung wird vorzugsweise durch das erfindungsgemäße Verfahren hergestellt. Dieses zeichnet sich dadurch aus, dass zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzung zumindest ein Riech-/Duftstoff bzw. Basisöl mit zumindest einer ionischen Flüssigkeit intensiv gemischt wird. Es kann vorteilhaft sein, wenn der Riechstoff und/oder die ionische Flüssigkeit vor dem intensiven Mischen mit einem

10

15

20

25

festen oder flüssigen Matrixmaterial und/oder einem Additiv vermischt wird.

Üblicherweise werden Basis-Öle, die meist aus mehr als einer Duftkomponente bestehen, durch Kaltmischvorgänge kalt bei Raumtemperatur gemischt, um unerwünschte Nebenreaktionen bei den Duftstoffen zu vermeiden. Dieses Basis-Öl kann direkt mit der ionischen Flüssigkeit vermischt werden. Vorzugsweise erfolgt auch die Mischung von Basis-Öl und ionischer Flüssigkeiten durch Kaltmischvorgänge bei Raumtemperatur bzw. maximalen Temperaturen von bis zu 35 °C. Liegt eine der Komponenten, also ein Duftstoff oder eine ionische Flüssigkeit als Feststoff vor, so werden diese vorzugsweise zunächst in einem Lösungsmittel, ggf. bei höherer Temperatur, gelöst und nach Abkühlen mit den flüssigen Duftstoffen oder dem Basis-Öl, welches gegebenenfalls schon ionische Flüssigkeiten aufweisen kann, vermischt.

Bei schwer mischbaren oder hochviskosen Substanzen kann es vorteilhaft sein, wenn Rührsysteme mit hohen Scherkräften (Stator-Rotor-Systeme wie z. B. Turrax-Systeme) eingesetzt werden. Falls Feststoffe eingemischt werden sollen, werden diese zusammen mit den Flüssigkeiten vorgelegt und anschließend in einem geeigneten Dispergieraggregat vermischt.

Die erfindungsgemäße Riechstoffzusammensetzung kann als Parfüm, Seifenzusatz, Deodorantzusatz und Ähnliches verwendet werden. Insbesondere können die erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen zur Herstellung von Parfüms, Seifen, Deodorantien, Haarbehandlungsmitteln, Körperpflegemitteln, Wasch- u. Reinigungsmitteln, Haushaltsartikeln, Raumlufterfrischern bzw. Raumsprays, Nahrungs- und Genussmitteln, Essenzen und Gewürz-Bestandteilen, oder Räuchermitteln. Durch die erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen sind Produkte, insbesondere die vorgenannten Produkte des täglichen Bedarfs zugänglich, die diese Zusammensetzungen aufweisen. Solche Produkte können z. B. Feinparfüme, Körperpflegemittel, Toilettenartikel, Waschmittelparfüme, Weichspülerparfüme oder Duftstoffe zur Maskierung von technischen Gerüchen sein.

### Beispiele:

Drei Riechstoffkompositionen wurden gemäß den in den Beispielen 1-3 beschriebenen Rezepturen, jeweils mit (I) und ohne (Ia) Fixateur, hergestellt:

### Beispiel 1:

5

	I	Ia	Chypre - Note
	300	300	Bergamotteöl
	80	80	Mousee de Chène absol.
	60	60	Ylang - Ylang
	15	15	Jasmin absol.
	15	15	Rose de Mai absol.
	20	20	Dianthine (Firmenich)
	50	50	Iralia
	60	60	Irrozol
	35	35	Propylphenylacetaldehyd
	<b>15</b> .	15	Vanillin
	70	70	Vetiveröl
	50	50	Oppononax
	100	100	Heliotropin
	20	20	Sandelöl O.I.
	40	40	Patchouliöl
	30	30	Dihydrocumarin
	5	40	Cyclopentadecanolid
	35	0	1,3-Dimethyl-imidazolium-
		•	methylsulfat
	1000	1000	Gewichtsteile

## Beispiel 2:

I	Ia	Moschus Base
280	280	Rose synthetisch
80	80	Rose absol.
100	100	Jasmin liqu. S.A.
60·	60	Jasmin synthetisch
60	60	Geraniumöl
125	125	Bergamotteöl
25	25	Patchouliöl
50	50	Tuberose synthetisch
25	25	Tuberose absol.
60	60	Cassiaöl
40	40	Benzoin Siam resinoid
25	25	Zibet synthetisch
45	70	Exalton
25	0	1-Ethyl-3-methylimidazolium-
		tosylat
1000	1000	Gewichtsteile

### Beispiel 3:

I	Ia	Rosen - Komposition
5	5	Geraniumöl Bourbon
10	10	Phenylethylisoamlyether
20	20	Phenylacetaldehyd
20	20	Citral
30	30	Dihydro-rosenoxid
40	40	Phenylethylacetat
80	80	Phenylethylalkohol
50	50	Geranylacetat
250	280	Geraniol

450	450	Citronellol
10	15	Ethylvanillin
35	0	1-Butyl-3-methyl-imidazolium-
		methylsulfat
1000	1000	

#### Beispiel 4:

10

Zur Bestimmung der Haftfestigkeit der Kompositionen wurden die jeweiligen Kompositionen gemäß Beispiel 1 bis 3, enthaltend eine der erfindungsgemäßen ionischen Flüssigkeiten (Ausführungsvariante I) sowie in einem Vergleichsexperiment die entsprechenden Kompositionen ohne ionische Flüssigkeit auf ein 3 x 3 cm großes Baumwoll-Gewebe gesprüht und mittels eines Geruchstest die Haftfestigkeit bestimmt. Es zeigte sich, dass bei allen Kompositionen mit ionischer Flüssigkeit eine wesentlich größere Haftfestigkeit festzustellen war, als bei den zugehörigen Kompositionen ohne ionische Flüssigkeit. Dies bedeutet, dass bei den Kompositionen mit ionischer Flüssigkeit der Duft länger wahrgenommen werden konnte, als bei den Kompositionen ohne ionische Flüssigkeit.

15

20

#### Patentansprüche:

1. Riechstoffzusammensetzung, die einen Fixateur aufweist, dadurch gekennzeichnet,

2. Riechstoffzusammensetzung gemäß Anspruch 1,

4. Riechstoffzusammensetzung nach Anspruch 1 bis 3,

- dass die Riechstoffzusammensetzung als Fixateur zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist.
  - dadurch gekennzeichnet,
    dass die Zusammensetzung 0,1 Gew.-% bis 20 Gew.-% ionische Flüssigkeit bezogen auf
    das Basisöl aufweist.
  - Riechstoffzusammensetzung gemäß Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Zusammensetzung 0,5 Gew.-% bis 10 Gew.-% ionische Flüssigkeit bezogen auf das Basisöl aufweist.
  - dadurch gekennzeichnet,
    dass die ionische Flüssigkeit ein Salz mit einem Kation, gemäß den nachfolgenden
    Strukturen,

10

15

ist, wobei R1, R2, R3, R4, R5 und R6, gleich oder unterschiedlich und Wasserstoff, einen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit Kohlenstoffatomen, einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 30 aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 einen Kohlenstoffatomen, Kohlenstoffatomen, einen Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen, einen durch ein oder mehrere Heteroatome (Sauerstoff, NH, NCH3) unterbrochenen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen durch ein oder mehrere Funktionalitäten, ausgewählt aus der Gruppe -O-C(O)-, -(O)C-O-, -NH-C(O)-, -(O)C-NH, -(CH<sub>3</sub>)N-C(O)-, -(O)C-N(CH<sub>3</sub>)-, -S(O)<sub>2</sub>-O-, -O-S(O)<sub>2</sub>-, -S(O)<sub>2</sub>-NH-, -NH-S(O)<sub>2</sub>-, -S(O)<sub>2</sub>-N(CH<sub>3</sub>)-, -N(CH<sub>3</sub>)-S(O)<sub>2</sub>-, unterbrochenen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen, einen endständig -OH, -NH<sub>2</sub>, -N(H)CH<sub>3</sub> funktionalisierten linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen oder einen blockweise oder statistisch aufgebauten Polyether gemäß - $(R^7-O)_n$ - $R^8$  bedeuten, wobei  $R^7$ ein 2 bis 4 Kohlenstoffatome enthaltender linearer oder verzweigter Kohlenwasserstoffrest, n = 1 bis 30 ist und  $R^8$  Wasserstoff, einen linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen einen cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einen Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen bedeutet oder ein Rest -C(O)-R<sup>9</sup> mit R<sup>9</sup> gleich einem linearen oder verzweigten aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 20 Kohlenstoffatomen, einem cycloaliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 5 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem aromatischen Kohlenwasserstoffrest mit 6 bis 30 Kohlenstoffatomen, einem Alkylarylrest mit 7 bis 40 Kohlenstoffatomen sind; und einem Anion, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Halogenid, Phosphat, Halogenphosphaten, Alkylphosphaten, Nitrat, Sulfat, Hydrogensulfat, Alkylsulfaten, Arylsulfaten, perfluorierten Alkyl- und Arylsulfaten, Sulfonat, Alkylsulfonaten, Arylsulfonaten, perfluorierten Alkyl- und Arylsulfonaten, Perchlorat, Tetrachloroaluminat, Tetrafluoroborat, Alkylboraten, Tosylat, Saccharinat, Alkylcarboxylaten und Bis(perfluoralkylsulfonyl)amid-Anionen; oder eine Mischung mehrerer solcher Salze ist.

15

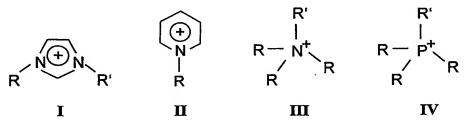
20

25

5

5. Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass als ionische Flüssigkeit ein Salz mit einem Kation, ausgewählt aus der Gruppe Imidazolium-Ion, Pyridinium-Ion, Ammonium-Ion oder Phosphonium-Ion gemäß den

nachfolgenden Strukturen,



mit R und R' = H, gleiche oder unterschiedliche substituierte oder unsubstituierte Alkyl-, Olefin- oder Aryl-Gruppen mit der Maßgabe, dass R und R' gleiche oder unterschiedliche Bedeutungen aufweisen, eingesetzt wird.

 Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass die ionische Flüssigkeit ein halogenfreies Anion, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Phosphat, Alkylphosphaten, Nitrat, Sulfat, Alkylsulfaten, Arylsulfaten, Sulfonat, Alkylsulfonaten, Arylsulfonaten, Alkylboraten, Tosylat, Saccharinat und Alkylcarboxylaten, aufweist.

5

 Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass die ionische Flüssigkeit der Riechstoffzusammensetzung unterschiedliche Anionen aufweist.

1

- Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass die Riechstoffzusammensetzung mikrobizide Eigenschaften aufweist.
- 9. Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass sie neben zumindest einer ionischen Flüssigkeit weitere Fixateure, ausgewählt aus Eigenfixateuren, Pseudofixateure, Stimulantien und/oder "echte" Fixateure, aufweist.
- 10. Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Lösemittel einen Alkohol aufweist.



25

- 11. Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass sie als Riechstoff einen natürlichen, naturidentischen, halbsynthetischen und/oder vollsynthetischen Riechstoff aufweist.
- 12. Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 11,
   30 dadurch gekennzeichnet,
   dass sie ein Konservierungsmittel aufweist.

15

20

13. Verfahren zur Herstellung einer Riechstoffzusammensetzung gemäß zumindest einem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet,

dass zumindest ein Riechstoff mit zumindest einer ionischen Flüssigkeit intensiv gemischt wird.

14. Verfahren nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, dass das Vermischen von Riechstoff und ionischer Flüssigkeit kalt bei Raumtemperatur erfolgt.

15. Verwendung einer Riechstoffzusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 als Feinparfüm, Körperpflegemittel, Toilettenartikel, Waschmittelparfüm, Weichspülerparfüm oder als Duftstoff zur Maskierung von technischen Gerüchen.

16. Produkt eine Riechstoffzusammensetzung gemäß einem der Ansprüche 1 bis 12 aufweisend.

17. Produkt gemäß Anspruch 16,

dadurch gekennzeichnet,

dass das Produkt ein Feinparfüm, Körperpflegemittel, Toilettenartikel, Waschmittelparfüm, Weichspülerparfüm oder ein Duftstoff zur Maskierung von technischen Gerüchen ist.

10

15

#### Zusammenfassung:

### Riechstoffzusammensetzung, die zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist, Verfahren zu deren Herstellung und deren Verwendung

Die Erfindung betrifft eine Riechstoffzusammensetzung, die als Fixateur zumindest eine ionische Flüssigkeit aufweist sowie deren Herstellung und Verwendung. Die erfindungsgemäßen Riechstoffzusammensetzungen sind vorteilhaft, da die ionische Flüssigkeit als polares Lösungsmittel, welches quasi keinen Dampfdruck aufweist, die Verdunstung der Basisduftkomponenten gezielt verzögern kann. Die große Auswahl an ionischen Flüssigkeiten ermöglicht es, die Verdunstungsrate der Duftkomponenten genau einstellen zu können. Da die Polarität der ionischen Flüssigkeiten durch die Struktur der Kationen und/oder Anionen in weiten Bereichen variiert werden kann, können die als Fixateur verwendeten ionischen Flüssigkeiten genau auf die chemisch-physikalischen und/oder olfaktorischen Bedürfnisse der Duftkomponente abgestimmt werden.